

# PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : **2002-053335**

(43)Date of publication of application : **19.02.2002**

(51)Int.Cl.

C03B 37/012

C03B 37/018

G02B 6/00

(21)Application number : **2000-238515**

(71)Applicant : **SHIN ETSU CHEM CO LTD**

(22)Date of filing : **07.08.2000**

(72)Inventor : **OYAMADA HIROSHI**

## **(54) GLASS PREFORM FOR OPTICAL FIBER, ITS MANUFACTURING METHOD AND SINGLE MODE OPTICAL FIBER**

(57)Abstract:

**PROBLEM TO BE SOLVED:** To provide an optical fiber preform having no transmission loss due to metallic impurities, its manufacturing method and a single mode optical fiber obtained by drawing the optical fiber preform.

**SOLUTION:** The glass perform for optical fiber is constituted of a core perform composed of a core and a part of a clad provided at an outer peripheral thereof and a clad part formed thereon. The glass perform for optical fiber is distinguished by a characteristic that interface between the core perform and the clad part is located in a ring shape being concentric to the core at a position of about 20 to 40% from a center in a radial direction and concentration of the metallic impurities near the interface is made to be  $\leq 10$  ppb.

## LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

(19) 日本国特許庁 (JP)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開 2 0 0 2 - 5 3 3 3 5

(P 2 0 0 2 - 5 3 3 3 5 A)

(43) 公開日 平成14年2月19日 (2002. 2. 19)

(51) Int. Cl. <sup>7</sup>	識別記号	F I	テマコード (参考)
C 0 3 B	37/012	C 0 3 B	37/012 Z 4G02I
	37/018		37/018 C
G 0 2 B	6/00	G 0 2 B	6/00 3 5 6 A

審査請求 未請求 請求項の数 1 2 O L

(全 5 頁)

(21) 出願番号 特願2000-238515 (P2000-238515)

(22) 出願日 平成12年8月7日 (2000. 8. 7)

(71) 出願人 000002060

信越化学工業株式会社

東京都千代田区大手町二丁目6番1号

(72) 発明者 小山田 浩

群馬県安中市磯部2丁目13番1号 信越化学

工業株式会社精密機能材料研究所内

(74) 代理人 100062823

弁理士 山本 亮一 (外3名)

F ターム (参考) 4G02I BA00 EA01 EA03 EB02 EB19

(54) 【発明の名称】 光ファイバ用ガラス母材及びその製造方法、シングルモード光ファイバ

(57) 【要約】

【課題】 金属不純物による伝送損失のない光ファイバ母材及びその製造方法、該光ファイバ母材を線引して得られるシングルモード光ファイバを提供する。

【解決手段】 本発明の光ファイバ用ガラス母材は、コアとこの外周に設けられたクラッドの一部からなるコア母材と、この上に形成したクラッド部とからなる光ファイバ用ガラス母材において、コア母材とクラッド部との界面が中心から半径方向に約 2 0 ~ 4 0 % の位置にコアと同心のリング状に位置し、該界面近傍での金属不純物濃度を 1 0 p p b 以下としてなることを特徴としている。

## 【特許請求の範囲】

【請求項 1】 コアとこの外周に設けられたクラッドの一部からなるコア母材と、この上に形成したクラッド部とからなる光ファイバ用ガラス母材において、コア母材とクラッド部との界面が中心から半径方向に約 20～40%の位置にコアと同心のリング状に位置し、該界面近傍での金属不純物濃度を 10ppb 以下としてなることを特徴とする光ファイバ用ガラス母材。

【請求項 2】 前記金属不純物が、バナジウム、鉄、クロム、ニッケル、銅、チタンのいずれかである請求項 1 に記載の光ファイバ用ガラス母材。

【請求項 3】 ガラス微粒子を堆積させてコアとなるスート体を形成し、これを加熱焼成しガラス化してコア母材とし、この上に外付けでクラッド部を形成してコアとクラッドからなる光ファイバ用ガラス母材を製造する方法であって、該コア母材を得るに際し、ガラス微粒子を堆積させてコアとこの外周にクラッドの一部を形成し、これを加熱焼成しガラス化してコア母材とし、該コア母材の外周を削ってこの表面近傍に含まれる金属不純物を除去した後、この上にクラッド部を形成することを特徴とする光ファイバ用ガラス母材の製造方法。

【請求項 4】 コア母材とこの上に形成されたクラッド部との界面が、中心から半径方向に約 20～40%の位置にコアと同心のリング状に位置するように形成する請求項 3 に記載の光ファイバ用ガラス母材の製造方法。

【請求項 5】 コア母材とこの上に形成されたクラッド部との界面近傍での金属不純物濃度を 10ppb 以下とする請求項 3 に記載の光ファイバ用ガラス母材の製造方法。

【請求項 6】 コア母材の外周を削り取る量を 0.1mm 以上とする請求項 3 に記載の光ファイバ用ガラス母材の製造方法。

【請求項 7】 コア母材の外周を削り取るに際し、外周を削る手段がフッ化水素酸を用いて行なわれる請求項 3 に記載の光ファイバ用ガラス母材の製造方法。

【請求項 8】 コア母材の外周を削り取るに際し、外周を削る手段が酸水素火炎で行なわれる請求項 3 に記載の光ファイバ用ガラス母材の製造方法。

【請求項 9】 コア母材の加熱手段が、電気抵抗加熱である請求項 3 に記載の光ファイバ用ガラス母材の製造方法。

【請求項 10】 コア母材上へのクラッド部の外付けをスート法で行なう請求項 3 に記載の光ファイバ用ガラス母材の製造方法。

【請求項 11】 コア母材上へのクラッド部の外付けをジャケット法で行なう請求項 3 に記載の光ファイバ用ガラス母材の製造方法。

【請求項 12】 請求項 1 又は 2 に記載の光ファイバ用ガラス母材を線引して得られた光ファイバであることを特徴とするシングルモード光ファイバ。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【発明の属する技術分野】 本発明は、伝送損失の小さい光ファイバの製造に好適な光ファイバ用ガラス母材（以下、単に光ファイバ母材と称する）及びその製造方法、該光ファイバ用ガラス母材を線引して得られるシングルモード光ファイバに関する。

## 【0002】

【従来の技術】 光ファイバ中に金属不純物が存在すると、伝送損失が増すことは過去の文献等で報告されている。このため、金属不純物を除去するために数々の工夫がなされている。特に、光の信号伝送が光ファイバのコア部分で行なわれるため、光ファイバ母材の製造時には、特にコア部分に金属不純物が含まれないように注意がはらわれている。

【0003】 光ファイバ母材の製造は、 $\text{SiCl}_4$  の様な液体原料の蒸気を酸水素火炎中に導入し、火炎反応によって生成した  $\text{SiO}_2$  のガラス微粒子（スート）を堆積して多孔質ガラス母材とし、これを焼成ガラス化することによって行なわれている。この液体原料の蒸気を使用する方法は、蒸留過程で液体原料中の不純物を除去し易く、さらに、酸水素火炎中に導入するために蒸発させる際にも蒸留作用が働いて、原料ガス中の金属不純物量が極めて少なくなる。

【0004】 さらに、得られた多孔質ガラスをハロゲンガス中で加熱処理することで、残留金属不純物はハロゲン化合物に変換され、蒸気化してガラス外部に排出される。引き続き、これを焼結し透明ガラス化することによって、金属不純物の極めて少ない光ファイバ母材が得られる。大型の光ファイバ母材を製造する場合は、このようにして、先ず、光ファイバ母材のコア部分となるコア母材を製造し、次いで、このコア母材の外側にクラッド部を外付けで形成している。

【0005】 通常のステップ型のシングルモードファイバの場合、ファイバ径 125  $\mu\text{m}$  に対してコア径は 10  $\mu\text{m}$  程度と小さく、伝送される光信号がコアからその一部が浸みだして伝搬するため、コア母材を製造するとき、コアにクラッドの一部を付けた状態で製造するとよい。コア母材の周囲にクラッド部を形成する方法としては、外付け法の他に、酸水素火炎中にガラス原料を導入し、生成する石英ガラススートをコア母材上に堆積するスート法、あるいは、別途用意した石英ガラス管にコア母材を挿入し、これらを溶着して一体化するジャケット法などが挙げられる。

## 【0006】

【発明が解決しようとする課題】 このようにして製造した光ファイバ母材を線引して光ファイバとしたときに、金属不純物によるものと見られる伝送損失増が認められることがあり、問題となっていた。そこで本発明は、金属不純物による伝送損失のない光ファイバ母材及びその

製造方法、該光ファイバ母材を線引して得られるシングルモード光ファイバを提供することを目的としている。

#### 【0007】

【課題を解決するための手段】本発明の光ファイバ母材は、コアとこの外周に設けられたクラッドの一部からなるコア母材と、この上に形成したクラッド部とからなる光ファイバ用ガラス母材において、コア母材とクラッド部との界面が中心から半径方向に約20～40%の位置にコアと同心のリング状に位置し、該界面近傍での金属不純物濃度を10ppb以下としてなることを特徴としており、この金属不純物は、バナジウム、鉄、クロム、ニッケル、銅、チタンのいずれかである。

【0008】本発明の光ファイバ母材の製造方法は、ガラス微粒子を堆積させてコアとなるスート体を形成し、これを加熱焼成しガラス化してコア母材とし、この上に外付けでクラッド部を形成してコアとクラッドからなる光ファイバ用ガラス母材を製造する方法であって、該コア母材を得るに際し、ガラス微粒子を堆積させてコアとこの外周にクラッドの一部を形成し、これを加熱焼成しガラス化してコア母材とし、該コア母材の外周を削ってこの表面近傍に含まれる金属不純物を除去した後、この上にクラッド部を形成することを特徴としている。

【0009】本発明の光ファイバ母材の製造方法においては、コア母材とこの上に形成されたクラッド部との界面は、中心から半径方向に約20～40%の位置にコアと同心のリング状に位置するように形成し、コア母材とこの上に形成されたクラッド部との界面近傍での金属不純物濃度は10ppb以下とする。このコア母材の外周を削り取る量は0.1mm以上、好ましくは0.2mm以上とされる。外周を削り取る手段は、フッ化水素酸を用いて、あるいは酸水素火炎で行なう方法とするのが好ましい。コア母材の加熱手段は電気抵抗加熱とするのが好ましい。また、コア母材上へのクラッド部の外付けは、スート法、ジャケット法のいずれで行なってもよい。シングルモード光ファイバは、上記光ファイバ母材を線引して得られる。

#### 【0010】

【発明の実施の形態】本発明の光ファイバ母材の製造方法は、まず、コアとこの外周にクラッドの一部を有するコア母材を形成し、この外周を削ってこの表面近傍に含まれる金属不純物を除去した後、この上にクラッド部を形成することにある。光伝送部への不純物の混入を避けるためには、コア母材のクラッドの厚さを十分とった方がよいが、このクラッドが厚すぎるとコア母材の作製が困難になったり長時間を要し、外付けするクラッド部の厚さが相対的に小さくなり、製造コストが増すという問題が生じる。

【0011】このためコア母材のクラッド厚をコア径の4倍程度以下にすることで、光ファイバ母材の半径方向に占めるコア母材の割合が40%以下（ガラス化前の堆

積割合では16%以下)になり、コア母材の作製が容易となる上、コスト的に有利な外付けで作製されるクラッド部の割合が十分とれ、光ファイバ母材を安価に提供できる。従って、光ファイバ母材の半径方向に占めるコア母材の割合は、これらを考慮して約20～40%とされる。

【0012】スートを堆積させて作製した直後のコア母材には、ミリ単位の微小な外径変動が存在し、この母材を線引して光ファイバとすると、長手方向のモードフィールド径やカットオフ波長などの光学特性が母材の長手方向で変動する。このため、クラッド部の外付け工程に入る前に、コア母材の外径変動を修正しておかねばならない。コア母材の外径変動を修正するには、コア母材を酸水素火炎や電気抵抗加熱炉などで軟化点付近まで加熱し、張力を加えて延伸しつつ外径を調整する。このとき、加熱雰囲気中に存在する金属不純物が、軟化状態にあるコア母材表面に取り込まれる。そして、この上に外付けでクラッド部が形成されると、光ファイバ母材中に金属不純物が残留することとなり、この母材を線引して光ファイバ化する際に、金属不純物が光伝搬部に拡散して伝送損失が増大するものと考えられる。

【0013】本発明の製造方法は、スートを堆積させてコアとこの外周にクラッドの一部を形成し、これを加熱焼成しガラス化した後、軟化点付近まで加熱・延伸し外径変動を修正してコア母材とし、その後、この外周をフッ化水素酸を用いて、あるいは酸水素火炎で半径方向に0.1mm以上削って所定の径に調整するとともに、ガラス化時及び外径修正時にコア母材の表面に付着した金属不純物を除去するものであり、このようにして、コアとこの外周にクラッドの一部を有するコア母材を作製し、さらにこの上にクラッド部を形成して光ファイバ母材が製造される。これによってコア母材とクラッド部との界面が中心から半径方向に約20～40%の位置にコアと同心のリング状に形成され、界面近傍での金属不純物濃度は10ppb以下となり、伝送損失が極めて小さくなる。

#### 【0014】

【実施例】(実験1) 先ず、コア/クラッド比の異なる3種類のコア母材(①, ②, ③)を作製し、電気抵抗加熱炉で軟化点付近にまで加熱・延伸して、外径を $\phi 2.0\text{mm} \pm 1\text{mm}$ に調整した。なお、コア径が約 $9\mu\text{m}$ となるようにコア母材を作製した。作製したこれらのコア母材の一部を切り出し、外周表面を少量のフッ化水素酸で表面から約0.1mm溶解した。次に、この溶液中の金属不純物の含有量を分析して求めた。

【0015】分析は、先ず、溶液の一部を硝酸溶液に希釈してICP-AES(原子発光分光分析)でSi濃度を求めた。次いで溶液の残りに過酸化水素を加えて脱ケイ素を行い乾固し、再び少量の硝酸と過酸化水素を加えて溶解、濃縮し、その後水を加えてできた溶液をICP

—AESで各種金属量を求めた。この金属量を前記Siから換算して得た溶解SiO<sub>2</sub>量で除算して、コア母材表面ガラス中の金属濃度を求めた（分析1）。上記フッ化水素で外周を溶解した試料（コア母材）に対して、フッ化水素酸でさらに表面から約0.1mm溶解し同様の分析を行った（分析2）。この後、さらに表面を約0.\*

\*1mm溶解して分析した（分析3）。これらの結果をまとめて表1に示した。なお、分析3の結果は、表中の全ての元素が検出限界以下であったので表中への記載を省略した。

【0016】

【表1】

元 素	コア母材1		コア母材2		コア母材3	
	コア／クラッド比 0.35		コア／クラッド比 0.24		コア／クラッド比 0.18	
	分析1	分析2	分析1	分析2	分析1	分析2
バナジウム	16	<1	11	<1	14	<1
鉄	31	2	57	<2	63	<2
クロム	12	2	7	<1	9	<1
マンガン	<1	<1	<1	<1	<1	<1
ニッケル	28	7	22	3	18	4
銅	10	<1	5	<1	6	<1
コバルト	<1	<1	<1	<1	<1	<1
チタン	12	<1	30	<1	4	<1

（単位：ppb）

【0017】上記分析から、次のことが明らかとなった。

（1）加熱直後のコア母材表面には金属不純物が数十ppbオーダーで存在する。このため、これを除去せずにこの上にクラッド部を外付けすると、光ファイバ母材のコア母材／クラッド界面に金属不純物が残留する。

（2）金属不純物の殆どは、コア母材の表面から約0.1mm以内に局在している。

（3）従って、コア母材の表面を約0.1mm削れば表面の金属不純物は70%以上除去でき、さらに約0.1mmすなわち合計約0.2mm削ると金属不純物をほぼ完全に除去できる。

【0018】金属不純物の発生源は、抵抗加熱体や電極の銅が微量蒸着したり、加熱炉の構造物のステンレス材料が蒸着したものと考えられる。金属不純物をコア母材の表面から除去する方法には、フッ化水素酸による溶解など化学的な除去方法の他、酸水素火炎で強熱して表面ガラス層を蒸発させたり、ダイヤモンド切削工具等で機械的な切削を行った後、表面に付着した金属を硝酸など

で溶解除去する方法などが挙げられる。

【0019】（実験2）実験1で作製したコア母材1, 2, 3の分析しなかった残りを2等分し、それぞれの一方をフッ化水素酸で表面から0.2mm溶解し、それぞれ順にコア母材11, 12, 13とした。これらのコア母材にクラッド部を外付けし、光ファイバ母材101, 102, 103, 111, 112, 113とした。さらに、これらの光ファイバ母材を線引してシングルモード光ファイバ201, 202, 203, 211, 212, 213を得た。これらのコア母材中のコア率（コア径／コア母材径）、光ファイバ母材中のコア母材の割合（コア母材径／光ファイバ母材径 × 100（%））を測定した。このコア母材の割合が示す位置（中心から半径方向に向けての位置）は、コア母材とクラッド部との界面の位置に対応している。さらに、光ファイバの伝送損失特性をカットバック法を用いて波長1,300nm、1,550nmで測定した。測定結果をまとめて表2に示した。

【0020】

【表2】

コア母材 No.	1	2	3	1 1	1 2	1 3
光ファイバ母材 No.	101	102	103	111	112	113
光ファイバ No.	201	202	203	211	212	213
コア母材 ; コア率	0.35	0.24	0.18	0.357	0.245	0.184
光ファイバ母材 ; コア母材界面位置(%)	20.6	30	40	20.2	29.4	39.2
波長 1300 nm ; 伝送損失(dB・km)	0.370	0.374	0.354	0.342	0.340	0.345
波長 1550 nm ; 伝送損失(dB・km)	0.232	0.224	0.219	0.196	0.198	0.198

【0021】表2から明らかなように、表面から0.2 mm削って金属不純物をほぼ完全に除去したコア母材1, 12, 13にクラッド部を外付けして光ファイバ母材とし、これを線引して得た光ファイバの伝送損失は、除去していないコア母材1, 2, 3を用いたものに比べて、波長1,300 nm、1,550 nmのいずれにおいても極めて改善されている。

#### 【0022】

【発明の効果】本発明によって光ファイバ母材中の金属不純物が、コア母材とクラッド部との界面に集中的に存在していることが明らかとなり、コア母材を表面から0.1 mm以上削りとり、クラッド部を外付けして光ファイバ母材とし、これを線引することによって、極めて伝送損失の小さい光ファイバが得られる。